

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

**2 291 277**

us eqv attached

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 75 35210**

(54) Procédé pour l'élaboration d'une tôle d'acier laminée à froid de haute résistance ayant une bonne aptitude au durcissement par recuit et une excellente propriété de non vieillissement.

(51) Classification internationale (Int. Cl.<sup>2</sup>). C 21 D 7/00; C 22 C 35/00.

(22) Date de dépôt ..... 18 novembre 1975, à 15 h 49 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Demande de brevet déposée au Japon le 18 novembre 1974, n. 132.006/1974 au nom de la demanderesse.*

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande ..... B.O.P.I. — «Listes» n. 24 du 11-6-1976.

(71) Déposant : Société dite : NIPPON KOKAN KABUSHIKI KAISHA, résidant au Japon.

(72) Invention de : Kenji Araki, Kazuhido Nakaoka, Koji Iwase, Shiro Fukunada et Yasuo Koike.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Malémont, 103, rue de Miromesnil, 75008 Paris.

La présente invention concerne un perfectionnement apporté à la production de tôle d'acier réduite à froid de grande résistance et a trait notamment à un perfectionnement particulier apporté au procédé de recuit continu effectué après la réduction à froid pour obtenir une tôle d'acier réduite à froid de haute résistance ayant une bonne aptitude au durcissement par cuisson et une propriété excellente de non vieillissement.

Dans l'art antérieur, il est bien connu que le développement de tôles d'acier réduites à froid a visé l'obtention de celles à faible limite élastique, c'est-à-dire tôles d'acier doux. Toutefois, dans le but d'assurer la sécurité de véhicules, notamment de voitures de tourisme, on voit actuellement un accroissement de la demande d'une tôle d'acier réduite à froid de grande résistance. Or, si l'on utilise une telle tôle d'acier de haute résistance pour réaliser les parties embouties du véhicule, on rencontre des problèmes tels que l'aptitude au formage à la presse (aptitude à garder la forme imposée). Ces problèmes n'existeraient pas si la tôle était tendre. Par conséquent, une tôle d'acier de haute résistance adéquate susceptible d'être formée à la presse serait celle qui reste tendre pendant l'opération de formage à la presse mais qui durcit pendant les opérations de pose d'une couche de revêtement et de cuisson. On a déjà proposé un procédé perfectionné pour produire cet acier, procédé qui permet de retenir une quantité importante d'azote (N) dissous dans l'acier et de faire précipiter ledit (N) lors de sa séparation libre pendant le procédé de pose de revêtement et de cuisson, augmentant ainsi sa limite élastique.

Comme exemple de cet art on peut citer la tôle d'acier dite AA (vieillissement accéléré) mise au point par la société dite INLAND STEEL COMPANY, U.S.A., dans laquelle on ajoute 100 ppm environ d'azote pendant l'étape d'élaboration de l'acier pour permettre d'augmenter sa résistance par un traitement thermique effectué après le formage à la presse. Toutefois, ce type de tôles d'acier ne trouve pas une application universelle dans la fabrication actuelle des panneaux constituant la caisse d'une voiture. On peut en avancer plusieurs raisons, dont une concerne son aptitude excessive au vieillissement par écrouissage, des contraintes dues à l'étirage tendant à se manifester au niveau de la partie emboutie. Ce phénomène est dû à la présence d'une grande quantité d'azote dissous qui exerce une influence défavorable sur le vieillissement, ce qui est bien entendu à prévoir du point de vue théorique. Bien que la tôle d'acier AA permette d'en augmenter la résistance grâce à l'effet de vieillissement apporté par l'azote, cet effet présente toutefois des limitations. Par exemple, la résistance à la traction baisse jusqu'à 40-50 kg/mm<sup>2</sup>. Ainsi, on ne trouve pas encore dans le commerce des tôles d'acier réduites à froid de haute résistance à la traction qui possèdent à la fois une caractéristique excellente de non-vieillissement et une bonne aptitude au durcissement par cuisson, bien qu'on ait fait diverses propositions.

La présente invention a été conçue pour remédier à cette situation. Les caractéristiques de la présente invention résident dans la mise en oeuvre d'un contrôle de la composition de l'acier pendant l'étape de son élaboration et d'un procédé de recuit continu effectué après la réduction à froid. On précise d'abord

5 la composition de l'acier, la quantité de Mn étant comprise entre  $10 \times (S)$  à 2 % par rapport à (S), la quantité de Al étant de  $< 5 \times 10^{-4} / (N)$  % par rapport à (N) et (N) est contrôlé pour se situer entre 0,003 et 0,02%. Pendant le procédé de recuit continu effectué après la réduction à froid, la structure cristalline de

10 traitements on peut retenir une grande quantité d'azote dissous (N) dans l'acier et éviter en même temps le vieillissement par écrouissage dû à cet azote dissous (N). Plus précisément, la tôle d'acier est chauffée jusqu'à une température comprise entre le point  $Ac_1$  et  $900^\circ \text{C}$  pendant 5 à 180 secondes, trempée dans un jet d'eau et ensuite soumise à un traitement de revenu léger à une température

15 comprise entre  $150$  et  $450^\circ \text{C}$  pendant 5 à 300 secondes.

Un but de la présente invention est de réaliser une tôle d'acier réduite à froid de grande résistance qui possède une bonne aptitude au durcissement par cuisson et une propriété excellente de non vieillissement grâce à un procédé complet de recuit continu.

20 Un autre but de la présente invention est de réaliser une tôle d'acier réduite à froid de haute résistance qui est douce à l'étape de formage à la presse mais qui devient dure à l'étape de revêtement-cuisson.

Encore un but de la présente invention est de réaliser une tôle d'acier réduite à froid de haute résistance qui peut assurer la sécurité d'un véhicule,

25 par exemple la carrosserie d'une voiture.

Une forme d'exécution de la présente invention est décrite ci-après à titre d'exemple, en référence au dessin annexe dans lequel :

- la figure 1 est un graphique représentant, aux fins de la comparaison, l'aptitude au durcissement par cuisson de l'acier conforme à la présente

30 invention et de l'acier ordinaire, en fonction de la température de revenu ;

- la figure 2 est un graphique représentant, aux fins de comparaison, l'aptitude au durcissement par cuisson de l'acier conforme à la présente invention et de l'acier ordinaire, en fonction de la température de cuisson.

La composition chimique de l'acier conforme à la présente invention

35 est contrôlée comme suit, la composition fondamentale étant sensiblement :

C : 0,02 à 0,12 %  
 Mn :  $10 (S)$  à 2 %,  $[(S) : \% \text{ en poids de S}]$  ;  
 N : 0,03 à 0,2 %, de préférence 0,005 à 0,015 %  
 Al :  $5 \times 10^{-4} / (N)$  %  $[(N) : \% \text{ en poids de N}]$

En outre, un ou plusieurs éléments, choisis dans le groupe suivant, peuvent être ajoutés selon le cas :

P : 0,03 à 0,2 %

Si : 0,2 à 2 %

Cu : 0,2 à 1,5 %

V : 0,02 à 0,2 %

5

Nb : 0,01 à 0,2 %

Un acier de cette composition est laminé à chaud, décapé et réduit à froid de manière classique et ensuite recuit en continu dans les conditions suivantes :

10

Température et durée du chauffage :  $Ac_1$  à 900° C pendant 5 à 180 secondes

Méthode de trempe : trempe dans jet d'eau

Température de trempe :  $Ac_1$  à 900° C

Température et durée du réchauffage : 150 à 450° C pendant 5 à 180 secondes

15 D'autres conditions telles que la vitesse de chauffage, le taux de refroidissement final, etc... peuvent être les mêmes que celles applicables dans le recuit continu ordinaire. Le laminage de revenu peut être effectué dans les conditions habituelles.

Les caractéristiques que possède une tôle d'acier élaborée de cette façon sont plus que surprenantes, les caractéristiques principales étant :

20 l'aptitude au durcissement par une cuisson conduite à 170° C pendant 20 minutes assure une augmentation d'au moins 7 kg/mm<sup>2</sup> de la limite élastique. En outre, sa résistance à la traction n'est pas inférieure à ce qu'elle était avant la cuisson, mais reste au même niveau. Cela indique que l'acier est facile à former à la presse pour obtenir des parties de carrosserie et qu'il garde en outre sa forme

25 emboutie de manière excellente. A cela s'ajoute le fait que sa limite élastique s'accroît de manière radicale après la cuisson du revêtement des produits finis. Ainsi, on peut affirmer que l'acier conforme à la présente invention permet un traitement facile. Une autre caractéristique est que le taux de récupération après allongement à la limite élastique, après un vieillissement accéléré à 38° C pendant 8 jours, est de loin inférieur à la valeur visée de 1 %. Les raisons pour

30 lesquelles la tôle d'acier conforme à la présente invention possède une excellente propriété de non vieillissement malgré une teneur importante en azote dissous (N) seront élucidées par la suite dans l'analyse théorique, mais on suppose qu'une phase martensite de 3 à 40 %, qui se forme dans l'acier conforme à la présente

35 invention en tant que seconde phase, se sépare librement et permet d'apparaître une très bonne bande de Luder. Quoiqu'il en soit, les diverses propriétés susmentionnées de la tôle d'acier conforme à la présente invention sont dues à la formation de la structure à deux phases de ferrite-martensite par trempe dans un jet d'eau à partir d'une température critique intermédiaire et par le réchauffage

40 ultérieur - revenu à basse température.

Dans le procédé conforme à la présente invention permettant l'obtention d'une bonne aptitude au durcissement par cuisson et une excellente propriété de non vieillissement, on a imposé certaines restrictions, comme on l'a mentionné ci-dessus, dont on explique les raisons ci-dessous.

5 C : ladite composition fondamentale change la structure de l'acier en une structure à deux phases de ferrite-martensite et assure une résistance adéquate de l'acier. Une teneur en C inférieure à 0,02 % ne permet pas l'obtention de ces effets, tandis qu'une teneur supérieure à 0,12 % conduit à une diminution de son aptitude au formage à la presse, et des valeurs de  $\bar{r}$  et du taux d'allongement.

10 Mn : la limite inférieure de Mn est établie à  $10 \times (S) \%$  parce que le FeS rend l'acier cassant. On établit la limite supérieure à 2 % en vue de l'aptitude au formage à la presse, comme dans le cas de (C).

15 N : N est une composante qui joue un rôle important dans le procédé conforme à la présente invention. Par conséquent, on a établi sa limite inférieure à 0,003 % et sa limite supérieure à 0,02 % en vue d'améliorer l'aptitude au durcissement par cuisson de la tôle d'acier. Si la teneur en (N) est supérieure à cette limite, l'acier est moins apte à être formé à la presse et, dans certains cas, la réduction à froid deviendrait impossible. Par conséquent, la gamme comprise entre 0,005 et 0,015 % est préférable en ce qui concerne la teneur en  
20 (N) pour obtenir une tôle d'acier possédant une très bonne aptitude au durcissement par cuisson, une excellente propriété de non vieillissement et une très bonne aptitude au formage à la presse. On a établi la limite supérieure de (Al) à  $5 \times 10^{-4} / (N) \%$  afin d'éviter la précipitation de (N) sous forme de (AlN) pendant l'étape de chauffage.

25 Afin de doter l'acier composé sensiblement des éléments cités ci-dessus d'une plus grande résistance et d'une plus grande facilité d'emploi, on ajoute éventuellement un ou plusieurs éléments choisis dans le groupe suivant, avec lesquels le nitrure ne se forme pas ou se forme difficilement, pendant la fabrication. La limite inférieure de ces éléments indique respectivement la quantité  
30 minime nécessaire à l'obtention d'une meilleure résistance et d'une meilleure aptitude au formage à la presse.

P : 0,03 à 0,2 %. La limite supérieure est établie parce qu'une teneur en (P) supérieure à cette limite diminue l'aptitude au soudage par points.

35 Si : on a établi la limite inférieure de (Si) à 0,2 % et la limite supérieure à 2 % en vue de l'aptitude au formage à la presse.

Cu : on a établi la limite inférieure de (Cu) à 0,2 % et la limite supérieure à 1,5 % afin de restreindre la production de défauts de surface introduits par le Cu.

40 V : il faut maintenir la teneur en V entre 0,02 et 0,2 %. La raison conduisant à l'établissement de cette limite supérieure est que (N) se précipite

sous forme d'une grande quantité de VN, une addition au-delà de cette limite n'augmentant pas la résistance proportionnellement à l'augmentation de la teneur en (V).

- Nb : pour la même raison, on limite la teneur en (Nb) à 0,01 à 0,2 %.
- 5 L'action de ces éléments est additive, de sorte qu'il soit préférable, en vue de maintenir l'aptitude au formage à la presse, de réduire la teneur en C lorsqu'on ajoute ces éléments.

L'acier, dont la composition est contrôlée comme on l'a décrit ci-dessus, est laminé à froid, décapé et réduit à froid de manière classique, la bande obtenue  
10 étant recuite en continu sous forme de ruban. Les raisons dictant cette limitation du procédé complet de recuit continu sont exposées ci-après.

Quant aux conditions de chauffage, la bande est portée à une vitesse normale à une température comprise entre le point  $Ac_1$  et  $900^\circ C$  et est maintenue dans cette plage de températures pendant 5 à 180 secondes. On a établi la limite  
15 inférieure à  $Ac_1$  afin de permettre d'obtenir une phase martensitique adéquate par trempe à partir de cette température. On a établi la limite supérieure à  $900^\circ C$  parce que la structure de trempe obtenue à une température supérieure à celle-ci se traduit entièrement par une seule phase martensitique, ce qui est à éviter en vue de l'aptitude au formage à la presse et de la propriété de vieillissement par  
20 écrouissage, en vue de permettre l'achèvement de la recristallisation dans cette gamme de températures et la formation partielle d'austenite, qui constitue la base de la phase martensitique, pendant le chauffage, il faut au moins cinq secondes. Toutefois, si ce temps dépasse 180 secondes et si l'acier contient du Al, (N) serait précipité sous forme de AlN et la productivité réduite.

- 25 Les mêmes raisons déterminant la valeur de la température de chauffage s'appliquent à l'établissement de la température à laquelle commence la trempe. C'est-à-dire/la<sup>que</sup> gamme de températures de chauffage est celle dans laquelle commence la trempe. La trempe effectuée à partir de cette température est effectuée par trempe dans un jet d'eau. Dans ce cas, on a constaté qu'une vitesse de trempe  
30 supérieure à celle assurant un simple durcissement dans de l'eau calme est nécessaire pour former de manière sûre la phase martensitique dans un acier à faible teneur en carbone, par exemple  $< 0,12\%$  de C, malgré que la trempe commence à une température aussi basse entre le point  $Ac_1$  et  $900^\circ C$ . Par conséquent, une trempe dans un jet d'eau est nécessaire pour obtenir la présente vitesse de trempe sur  
35 une échelle industrielle. La trempe dans un jet d'eau facilite le maintien de la valeur  $\bar{r}$  (taux moyen de contrainte plastique) au même niveau que celle d'une tôle d'acier réduite à froid de haute qualité. Toute autre méthode qui met en oeuvre une vitesse de trempe plus lente ne permet pas d'obtenir ce niveau. Voilà les raisons pour lesquelles on effectue la trempe conformément à la présente invention  
40 dans un jet d'eau.

Le réchauffage portant la bande d'acier à une température comprise entre 150° C et 450° C pendant 5 à 180 secondes s'effectue après que la bande ait été refroidie jusqu'à la température ambiante par la trempe mentionnée ci-dessus. Ce réchauffage empêche la diminution de la résistance qui pourrait avoir lieu dans l'étape de cuisson du revêtement après l'étape de formage à la presse. C'est-à-dire qu'il est nécessaire de laisser se précipiter la quantité requise de (C) dissous dans l'acier et de laisser en outre la martensite se transformer en une forme plus stable, comme on l'a déjà mentionné, pendant l'étape de chauffage trempe. Il est souhaitable de laisser une partie du (C) dissous dans l'acier rester sans la précipiter pendant le réchauffage, c'est-à-dire le procédé de trempe à basse température, pour améliorer l'aptitude au durcissement par cuisson. La limite inférieure de ce réchauffage devrait se situer à 150° C pendant 5 secondes. Une raison en est de laisser se précipiter dans une certaine mesure une grande quantité du carbone dissous dans la ferrite par ladite trempe pour que le traitement de cuisson de revêtement après le formage à la presse ne diminue pas la résistance. Une deuxième raison est pour stabiliser la phase martensitique, sans changement, pendant le traitement de revêtement-cuisson.

On a établi la limite supérieure de la température de réchauffage à 450° C parce que la martensite se ramollit excessivement au-dessus de cette température et la propriété de non vieillissement se trouve atteinte. Par ailleurs, la résistance de la tôle d'acier elle-même est diminuée, portant par conséquent atteinte à l'effet de la trempe par rapport à la résistance obtenue. On a établi la limite supérieure de la durée de réchauffage à 300 secondes pour des raisons de facilité et de productivité.

Plusieurs formes d'exécution de la présente invention sont décrites ci-après à titre d'exemple.

#### Exemple 1

Cet exemple poursuit l'influence du cycle thermique dans le procédé complet de recuit continu. L'acier utilisé dans cet exemple est de la composition suivante conforme à la présente invention :

#### Composition :

C : 0,06 %.

Mn : 0,28 %.

P : 0,012 %

S : 0,018 %

N : 0,0075 %

#### Conditions de production (expérimentales)

A l'exception du procédé de recuit continu comme on le représente sur le tableau 1, les conditions principales (comme d'habitude) sont comme suit :

Epaisseur finale après réduction à froid : 0,8 mm

Laminage de revenu : 1,0 %

Traitement de revêtement/cuisson : 170° C pendant 20 minutes

Vieillissement accéléré : 38° C pendant 8 jours

Propriétés mécaniques

5

Le tableau 1 montre les influences des cycles thermiques

TABLEAU 1

(°) Cycle thermique selon la présente invention

	Acier	Cycle thermique	Objet du test
10	1 - 1	700° C x 2hr. recuit discontinu	cycle comparatif
	1 - 2	700° C x 1 min. recuit continu pour tôle de fer blanc	cycle comparatif
15	1 - 3	700° C x 1 min. → WQ → 300° C x 1 min.	temps de chauffage
	° 1 - 4	800° C x 1 min. " "	"
	1 - 5	920° C x 1 min. " "	"
20	1 - 6	800° C x 1 min. → WQ	temps de trempe
	1 - 7	800° C x 1 min. → WQ → 100° C x 1 min.	"
	° 1 - 8	" " 250° C x 1 min.	"
25	° 1 - 9	" " 350° C x 1 min.	"
	° 1 - 10	" " 400° C x 1 min.	"
	1 - 11	" " 500° C x 1 min.	"
30	1 - 12	Trempe dans de l'eau calme 250° C x 1 min.	refroidissement rapide
	1 - 13	Refroidissement par air comprimé 250° C x 1 min.	"

35

Nota : WQ indique la trempe dans un jet d'eau



Propriétés mécaniques juste après le laminage de trempe								Après vieillissement accéléré
YP Kg/mm <sup>2</sup>	YPEI %	TS Kg/mm <sup>2</sup>	El %	$\bar{r}$ Valeur	YP Kg/mm <sup>2</sup>	TS Kg/mm <sup>2</sup>	YP Kg/mm <sup>2</sup>	YPEI %
23,7	0	34,3	44,2	1,27	32,0	34,6	8,3	2,5
29,2	1,8	37,2	36,5	0,87	35,3	37,9	6,1	4,6
30,0	2,0	38,2	35,9	1,02	36,2	38,8	6,2	3,1
32,5	0	44,2	32,9	1,25	43,6	44,6	11,1	0,2
35,2	0	47,1	22,1	1,30	42,5	47,5	7,3	1,2
-	-	69,1	7,2	1,23	46,3	47,5	-	-
38,3	0	59,3	16,3	1,23	45,2	47,9	6,9	-
33,8	0	45,3	32,0	1,24	44,8	45,5	11,0	0,2
30,6	0	42,1	35,4	1,26	41,8	42,6	11,2	0,3
28,2	0	40,8	37,2	1,25	39,9	40,9	11,7	0,6
26,3	0	38,2	37,6	1,24	36,0	38,9	9,7	1,2
31,0	0	38,9	29,7	0,98	36,2	38,8	5,2	2,7
28,6	0	37,4	33,5	0,89	32,5	37,1	3,9	3,8

Comme il ressort du tableau 1, l'acier 1-1 a été soumis à un recuit discontinu normal. Son aptitude au durcissement par cuisson, c'est-à-dire  $\Delta$  YP, est comparativement importante à 8,3 kg/mm<sup>2</sup> mais son allongement à la limite élastique après un vieillissement accéléré s'élève jusqu'à 2,5 %, cet acier étant de ce fait moins préférable.

On a soumis l'acier 1-2 à un cycle ordinaire de recuit continu pour le fer blanc. L'allongement à la limite élastique tend à subsister même après un laminage de revenu, l'acier possédant une moins bonne aptitude au durcissement par cuisson et une propriété de vieillissement extrêmement insatisfaisante.

On a contrôlé les aciers 1-3, 1-4 et 1-5 pour évaluer le rapport entre la température de chauffage et la qualité de l'acier. On a choisi, pour l'acier 1-3, une température de chauffage relativement basse de 700° C mais les caracté-

ristiques obtenues sont sensiblement les mêmes que celles de l'acier 1-2. C'est-à-dire que les aciers étaient moins bons en ce qui concerne l'allongement à la limite élastique, l'aptitude au durcissement par cuisson et la propriété de vieillissement.

5 On a produit l'acier 1-4 selon le procédé de la présente invention, la température de chauffage étant établie à 800° C. Bien qu'il possède une propriété BH très élevée de  $\Delta YP$  : à savoir de 11,1 kg/mm<sup>2</sup>, la récupération après allongement à la limite élastique, après un vieillissement accéléré, ne dépasse pas 0,2 %. Par conséquent, on peut désigner cet acier sensiblement non vieillissant.

10 La température de chauffage de l'acier 1-5 est considérablement supérieure à celle de la présente invention, étant établie à 920° C. Son allongement est inférieur, par rapport à la résistance comparativement élevée, et son aptitude au durcissement par cuisson et sa propriété de vieillissement sont inférieures à celles de l'acier de la présente invention. Il ressort donc de ce qui précède que la température de chauffage pendant l'opération de recuit continu devrait être établie conformément à la présente invention.

On a contrôlé les aciers 1-6 à 1-11 pour évaluer les influences exercées par la température de revenu sur la qualité de l'acier. Premièrement, l'acier 20 1-6 présente un défaut en ce que sa résistance est diminuée pendant la cuisson. Deuxièmement, on a choisi pour l'acier 1-7 une température de revenu inférieure à celle du procédé conforme à la présente invention. En le faisant revenir à cette température, l'acier est légèrement supérieur à l'acier 1-6 mais sa résistance à la traction tombe de manière notable de 59,3 kg/mm<sup>2</sup> à 47,9 kg/mm<sup>2</sup>, ce qui est 25 peu désirable. Troisièmement, on a préparé les aciers 1-8, 1-9 et 1-10 conformément aux principes de la présente invention. Ces aciers possèdent une grande aptitude au durcissement par cuisson et une excellente propriété de non vieillissement sur une large gamme de températures de revenu entre 250° C et 400° C. Une sensibilité si faible vis-à-vis d'une basse température de revenu est très 30 souhaitable lorsqu'il s'agit d'opérer à l'échelle industrielle. Ceci est dû bien entendu, à l'addition de N. Toutefois, comme on l'a décrit ci-dessus, la seule addition de N ne suffit pas pour obtenir de si bons résultats si le cycle thermique se situe en dehors de la gamme préconisée par la présente invention. Il en est de même pour l'acier 1-11, que l'on a soumis à une température de revenu 35 plus élevée de 500° C pendant une minute, c'est-à-dire en dehors de la gamme de la présente invention. Comme il ressort de la figure 1, la valeur  $YPE_1$ , abstraction faite de sa résistance, révèle un taux de récupération élevé de 1,2 % après un vieillissement accéléré, ce qui constitue donc un inconvénient.

Les aciers 1-7 à 1-11 sont des exemples représentatifs des nombreuses 40 expériences effectuées relativement à la température de revenu. Les résultats

de ces expériences, la variation de l'aptitude au durcissement par cuisson à ladite température de revenu et les résultats obtenus avec les aciers de comparaison sont répertoriés sur la figure 1. Les aciers de comparaison, auxquels on n'ajoute pas de N, se composent des éléments suivants et sont préparés dans les mêmes conditions, y compris le cycle thermique, que les aciers de l'invention :

C : 0,05 %	Mn : 0,27 %
P : 0,01 %	S : 0,027 %
N : 0,0017 %	

Il s'agit ici d'un acier au carbone à faible teneur. D'après la figure 1, l'acier de comparaison (acier ordinaire) subit une forte diminution de son aptitude au durcissement par cuisson à mesure que la température de revenu augmente, tandis que l'acier auquel on ajoute une quantité de N conformément à la présente invention ne dépend pas de la température de revenu. On vient donc de décrire le traitement de revenu d'un acier auquel on ajoute une quantité de N conformément à la présente invention.

On a contrôlé les effets de la méthode de trempe sur les aciers 1-12 et 1-13. Si l'on compare ces aciers aux aciers 1-4, 1-8, 1-9 et 1-10, on constate qu'un refroidissement lent, tel que dans de l'eau calme ou par air comprimé, qui assure un refroidissement beaucoup plus lent que le refroidissement par jet d'eau conforme à la présente invention, n'assure pas une résistance suffisante, bouleverse l'équilibre de TS-FL et a en outre pour conséquence une moins bonne aptitude au durcissement par cuisson. Les données relatives à la valeur  $\bar{r}$  indiquent en outre que la trempe dans un jet d'eau est indispensable au procédé conforme à la présente invention. Comme on peut le constater, dans le cas des aciers 1-4, 1-8 et 1-9 préparés conformément au procédé de la présente invention, la valeur  $\bar{r}$  atteint le niveau de celle d'une tôle d'acier ordinaire laminée à froid, à savoir entre 1,24 et 1,26, tandis que les aciers 1-12 et 1-13, que l'on a trempés dans de l'eau calmé ou que l'on a refroidis par air comprimé, présentent des niveaux très bas de la valeur  $\bar{r}$ , à savoir entre 0,98 et 0,89, ce qui les rend peu aptes au formage à la presse. Comme on l'a déjà précisé, la trempe dans un jet d'eau dans le procédé de recuit continu constitue une étape indispensable à la présente invention.

#### Exemple 2

On a ensuite étudié les effets de l'addition de N sur la stabilité de l'aptitude au durcissement par cuisson. Pour effectuer la cuisson dans un procédé de revêtement, le matériau est soumis ordinairement à une température de 170° C pendant 20 minutes. Toutefois, il est bien connu que ces conditions ne sont pas toujours satisfaites en ce qui concerne les parties concaves de la carrosserie, là où l'air chaud ne peut pénétrer que difficilement. On sait ainsi par expérience, que la température de l'air chaud n'est pas toujours maintenue à 170° C.

Par conséquent, il est souhaitable que l'aptitude au durcissement par cuisson reste stable malgré de légères variations <sup>des conditions</sup> /requis de cuisson. On a effectué le présent exemple en vue de ceci.

On a préparé l'acier de test de cet exemple selon les conditions suivantes :

Composition du spécimen (%)

	C	Mn	P	S	N	Si
Acier avec addition de N	0,052	0,28	0,01	0,018	0,0092	0,12
Acier sans addition de N	0,055	0,23	0,01	0,019	0,0014	0,08

10 Nota : On a ajouté une certaine quantité de Si pour contrôler la désoxydation.

Conditions principales de fabrication.

On a utilisé un procédé de coulée continue pour les aciers.

Epaisseur finale après laminage à chaud : 3,2 mm

Epaisseur finale après réduction à froid : 0,8 mm

15 Cycle thermique pour recuit continu

Chauffage : 750° C x 1 minute

Température de trempe : -750° C

Trempe dans jet d'eau

Revenu : 270° C x 1 minute

20 Taux de laminage de revenu : 1%

Revêtement-cuisson :

Cinq étapes de 100° C, 120° C, 140° C, 160° C et 170° C d'une durée de 20 minutes chacune.

Les propriétés mécaniques juste après le laminage de revenu et avant la cuisson

25 sont les suivantes :

	YP	YPEL	TS	EL
Acier avec addition de N	29,5	0 %	42,5 Kg/mm <sup>2</sup>	57,0 %
Acier sans addition de N	27,8	0 %	39,3 Kg/mm <sup>2</sup>	38,3 %

La variation de l'aptitude au durcissement par cuisson en fonction de ces conditions de cuisson est indiquée sur la figure 2. Il ressort de cette figure que l'aptitude au durcissement par cuisson d'acier ordinaire baisse de manière importante à mesure que la température de cuisson diminue. Par contre, l'acier auquel on ajoute une certaine quantité de N conformément à la présente invention révèle une amélioration en ce qui concerne cette tendance. Par exemple, l'aptitude au durcissement par cuisson s'élève jusqu'à 10 kg/mm<sup>2</sup> même à 120° C. Le fait que cet acier n'est pas indûment atteint par une variation de la température de cuisson et qu'il est peu sensible à la température de revenu assurent une opération stable, comme l'indique l'exemple 1.

Exemple 3

40 Cet exemple étudie l'influence de la composition chimique. Les condi-

Epaisseur finale après laminage à froid : 0,8 mm

5            Chauffage        :    800° C x 1 minute  
             Trempe            :    dans jet d'eau à partir de 800° C  
             Revenu            :    400° C x 1 minute  
             Taux de laminage de revenu :    1,0 %  
             Revêtement-cuisson        :    170° C x 20 minutes

Les propriétés mécaniques obtenues dans ces conditions sont inscrites sur le tableau II.

TABLEAU II

(°) Acier de l'invention

5	Aciers	Compositions (%)					[Al %] x [N %] x 10 <sup>4</sup>	Objet du test
		C	Mn	N	Al	Eléments spéciaux		
10	3 - 1	0,06	0,23	0,0014	0,001		0,01	Influence de [Al]
	3 - 2	0,05	0,23	0,0033	0,001		0,03	"
	3 - 3	0,06	0,28	0,0056	0,001		0,08	"
	3 - 4	0,04	0,22	0,0138	0,001		0,15	"
	3 - 5	0,04	0,28	0,0250	0,001		0,25	"
	3 - 6	0,05	0,25	0,0071	0,045		3,20	Influence de [Al]
15	3 - 7	0,05	0,21	0,0102	0,053		5,41	"
	3 - 8	0,09	0,32	0,0035	0,001		0,04	Influence de [C]
	3 - 9	0,14	0,35	0,0032	0,001		0,03	"
	3 - 10	0,06	1,05	0,0038	0,035		1,33	Influence de [Mn]
	3 - 11	0,08	2,20	0,0035	0,050		1,75	"
	3 - 12	0,05	0,32	0,0065	0,010	P 0,12 %	0,98	Effet de l'addition de [P]
20	3 - 13	0,06	0,38	0,0078	0,005	Si 1,02 %	0,39	Effet de l'addition de [Si]
	3 - 14	0,06	0,35	0,0059	0,013	Cu 0,98 %	0,77	Effet de l'addition de [Cu]
	3 - 15	0,05	0,33	0,0063	0,035	P 0,07% Si 1,02%	2,21	Effet de l'addition de [P-Si]
25	3 - 16	0,05	0,42	0,0075	0,009	P 0,10% Nb 0,04%	0,68	Effet de l'addition [P-Nb]
	3 - 17	0,05	0,35	0,0082	0,012	Si 0,3% P 0,10% V 0,10%	0,98	Effet de l'addition de [Si-P-V]
	3 - 18	0,06	1,05	0,0095	0,015	Si 1,2% Nb 0,03%	1,43	Effet de l'addition de [Mn-Si-Nb]

Nota : S dans les aciers ci-dessus : 0,005 - 0,023 %

	Propriétés mécaniques juste après laminage de revenu				Après cuisson			Après vieillissement accéléré YPE1 %
	YP Kg/mm2	YPE1 %	TS Kg/mm2	E1 %	YP Kg/mm2	TS Kg/mm2	YP Kg/mm2	
5	26,2	0	38,5	37,9	31,6	39,0	5,4	0
	26,5	0	39,2	36,3	36,0	39,3	9,5	0
	28,9	0	41,5	34,0	40,2	41,5	11,3	0,3
	30,5	0	43,2	32,0	42,5	43,7	12,0	0,3
10	33,5	0	45,6	25,2	45,2	45,6	11,7	0,7
	32,0	0	45,8	32,1	39,5	45,5	7,5	0
	34,3	0	47,3	30,5	37,8	47,8	3,5	0
	36,1	0	49,5	26,2	45,2	49,8	9,1	0,1
15	45,0	0	57,6	14,5	53,2	57,7	8,2	0,2
	44,0	0	58,9	22,6	54,9	59,3	10,9	0,2
	54,8	0	72,3	15,0	64,0	73,2	9,2	0
	35,2	0	48,5	32,2	48,2	49,1	13,0	0,2
20	40,2	0	55,3	30,5	53,0	55,5	12,8	0,1
	38,5	0	52,5	30,0	50,8	53,0	12,3	0,2
	44,3	0	60,3	28,0	54,3	61,0	10,0	0
	42,0	0	55,2	28,2	52,9	56,0	10,9	0,2
20	43,2	0	59,3	27,9	54,9	60,0	11,7	0,2
	56,2	0	75,3	22,2	68,9	75,8	12,7	0,2

25 Sur ce tableau, on a contrôlé les effets de (N) sur les aciers 3-1 à 3-5, dont les aciers 3-2, 3-3 et 3-4 sont des aciers conformes à la présente invention. L'acier 3-1 a une très faible teneur en (N) de 0,0014 % et par conséquent une valeur très basse de  $\Delta$  YP de 5,4 kg/mm2. Alors que les aciers 3-2 à 3-4, dont la teneur en (N) se situe dans la gamme préconisée par la présente

30 invention, ont respectivement des valeurs élevées de YP de 9,5 kg/mm2, 11,3 kg/mm2 et 12,0 kg/mm2. Le fait que l'allongement à la limite élastique après un vieillissement accéléré descend à 0-0,2 % révèle une propriété de non vieillissement. Il est à noter que la valeur  $\Delta$  YP des aciers 3-3 et 3-4 ayant respectivement des teneurs en (N) de 0,0056 % et 0,0138 % est supérieure à celle

35 de l'acier 3-2 dont la teneur de (N) n'est que de 0,0033 %. Ainsi, on a la confirmation que l'effet de (N) devient plus remarquable plus la température de cuisson est basse. Par exemple, lorsqu'on conduit la cuisson à 140° C pendant 20 minutes, l'aptitude au durcissement par cuisson ( $\Delta$  YP) diminue de manière radicale à

6,8 kg/mm<sup>2</sup> pour l'acier 3-2 à faible teneur en (N). Par contre, en ce qui concerne les aciers 3-3 et 3-4 ayant respectivement des teneurs en (N) de 0,0056 % et 0,0138 %, leurs aptitudes au durcissement par cuisson sont maintenues respectivement à 10,5 kg/mm<sup>2</sup> et 11,2 kg/mm<sup>2</sup>. Toutefois, on reconnaît que la teneur en (N) a ses limites, l'acier ne possédant pas de propriétés mécaniques bien équilibrées lorsque la teneur en (N) dépasse une certaine limite. On peut citer comme exemple l'acier 3-5 dont la teneur en (N) de 0,0025 % dépasse la limite établie par la présente invention. Cet acier montre une faible valeur de El de 25,2 %, ce qui est tout à fait insuffisant pour une tôle d'acier destinée au formage à la presse. Afin d'assurer la valeur requise de  $\Delta YP$  et d'obtenir une qualité bien équilibrée, la quantité de (N) devrait être contrôlée pour se situer dans la gamme comprise entre 0,003 % et 0,02 % conformément à la présente invention.

On a étudié l'effet de Al sur les aciers 3-6 et 3-7. L'acier 3-6, dont la teneur en (Al) se situe dans la gamme préconisée par la présente invention, c'est-à-dire  $< 5 \times 10^{-4} / (N) \%$  possède une aptitude au durcissement par cuisson supérieure à celle de l'acier 3-7 dont la teneur en (Al) dépasse cette limite.

On a étudié l'effet de (C) sur les aciers 3-8 et 3-9. L'acier 3-8 dont la teneur en (C) se situe dans la gamme établie par la présente invention possède une résistance à la traction et allongement comparativement bons, mais l'acier 3-9, dont la teneur en (C) se situe en dehors de la gamme de la présente invention, possède un moins bon allongement par rapport à sa résistance à la traction élevée. Si on suppose que l'allongement requis pour une résistance à la traction de 5,8 kg/mm<sup>2</sup> est d'au moins 22 %, l'acier 3-9 ne répond point à cette condition. Bien qu'on ne l'ait pas indiqué sur le tableau II, la valeur  $\bar{r}$  de l'acier 3-8 est de 1,1, tandis que celle de l'acier 3-9 est de 0,9. Cela représente un défaut important pour un acier destiné au formage à la presse.

On a étudié l'effet de (Mn) sur les aciers 3-10 et 3-11. L'acier 3-10, dont la teneur en (Mn) se situe dans la gamme établie par la présente invention, possède des valeurs TS et El en bon équilibre, tandis que pour l'acier 3-11, dont la teneur en (Mn) est en dehors de la gamme de la présente invention, El est de 15 % par rapport à une valeur TS de 72 kg/mm<sup>2</sup>. Dans ce cas, lorsqu'on considère qu'un allongement de 18 % est requis pour la valeur de TS, on comprend que l'acier 3-11 n'est pas à préférer. Bien que le tableau II ne l'indique pas, la valeur  $\bar{r}$  de l'acier 3-11 est extrêmement faible à 0,85 et de ce fait cet acier ne convient pas au formage à la presse.

On a étudié les effets provoqués par l'addition de certains éléments aux aciers 3-12 à 3-18. Dans tous les cas, on obtient des propriétés mécaniques bien équilibrées, une excellente aptitude au durcissement par cuisson et une excellente propriété de non vieillissement. La raison principale conduisant à cette addition d'éléments spéciaux est l'amélioration de l'aptitude au formage



- à la presse, que l'on assure en améliorant les propriétés mécaniques. On peut constater cette amélioration par une comparaison de l'équilibre entre TS et El, d'une part des aciers contenant ces éléments et, d'autre part, des autres aciers mentionnés ci-dessus. Par exemple, l'acier 3-10, dont la teneur en Mn de 1,05 %
- 5 se situe dans la gamme établie par la présente invention révèle une valeur TS de 58,9 kg/mm<sup>2</sup> et une valeur El de 22,6 %. Par contraste, bien que l'acier 3-15, auquel on ajoute une certaine quantité de (Si) et de (P), possède une valeur TS encore plus élevée de 60,3 kg/mm<sup>2</sup>, sa valeur El reste très élevée comme le montre le tableau II.
- 10 Ainsi, la présente invention permet de fabriquer de manière facile et stable une tôle d'acier laminé à froid de haute résistance ayant une bonne aptitude au durcissement par cuisson et une excellente propriété de non vieillissement.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une tôle d'acier réduite à froid de haute résistance ayant une bonne aptitude au durcissement par cuisson et une excellente propriété de non vieillissement, caractérisé en ce qu'il consiste à contrôler la composition chimique de l'acier pour qu'elle se situe, dans l'étape d'élaboration de l'acier, dans la gamme suivante :

5 C : 0,02 à 0,12 %  
 Mn : 10 x (S) à 2 %  
 N : 0,003 à 0,02 %, de préférence entre 0,004 et 0,015 %  
 10 Al :  $< 5 \times 10^{-4} / (N) \%$ ,

la bande d'acier réduit à froid obtenue, après les opérations classiques de production d'un tel acier, étant soumise au procédé complet de recuit continu suivant :

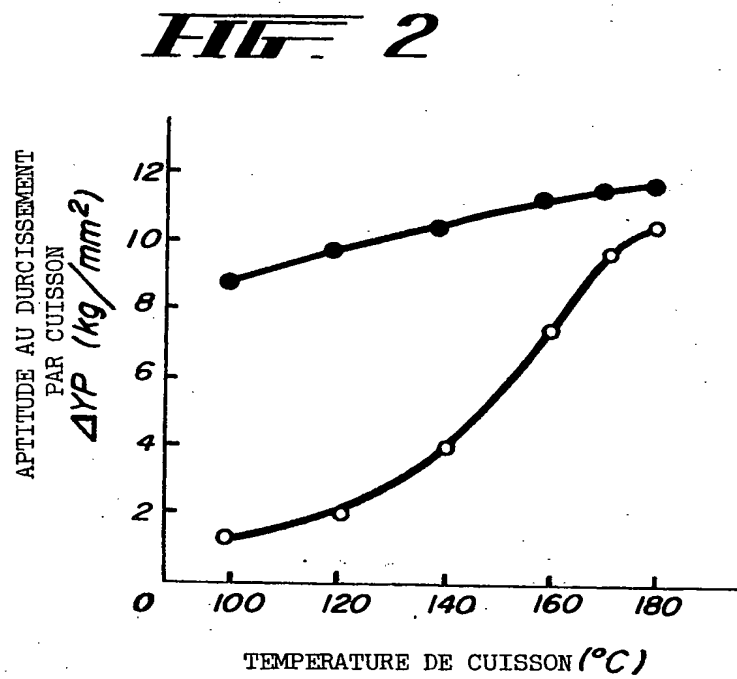
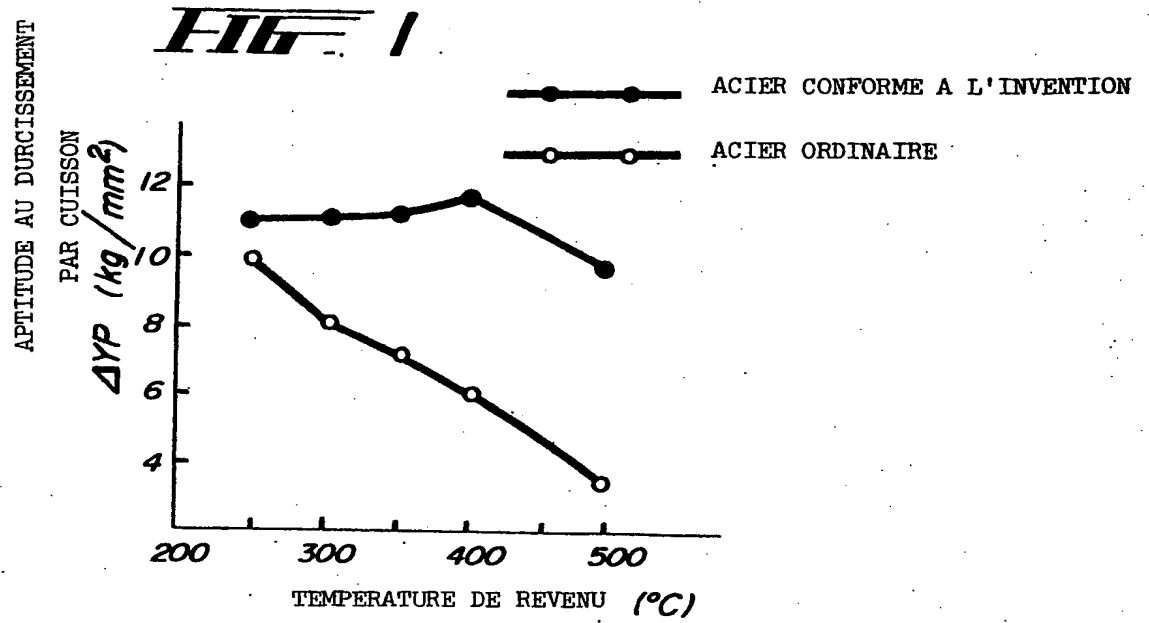
15 Etape de chauffage :  $Ac_1$  à 900° C  
 Durée : 5 à 180 secondes à cette température  
 Etape de refroidissement rapide : trempe dans jet d'eau pour refroidir jusqu'à la température ambiante à partir de la température ci-dessus,  
 Etape de réchauffage : 150 à 450° C à partir de la température ambiante,  
 20 Etape de revenu : maintien de cette température pendant 5 à 300 secondes,  
 Etape finale : refroidissement à partir de cette température jusqu'à la température ambiante et mise en rouleaux,

2. Procédé de fabrication selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite composition est contrôlée pendant l'étape d'élaboration de l'acier pour qu'elle se situe sensiblement dans la gamme suivante :

25 C : 0,02 à 0,12 %  
 Mn : 10 x (S) à 2 %  
 N : 0,003 à 0,02 %, de préférence entre 0,004 et 0,015 %  
 30 Al :  $< 5 \times 10^{-4} / (N) \%$

auxquels on peut ajouter un ou plusieurs des éléments choisis parmi les suivants :

35 P : 0,03 à 0,2 %  
 Si : 0,2 à 2 %  
 Cu : 0,2 à 1,5 %  
 V : 0,05 à 0,2 %  
 Nb : 0,02 à 0,2 %



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**